#### (19) 世界知的所有権機関 国際事務局



# 

(43) 国際公開日 2003年2月20日(20.02.2003)

**PCT** 

(10) 国際公開番号

(51) 国際特許分類7:

WO 03/014042 A1

行政法人産業技術総合研究所 (NATIONAL INSTI-TUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND

TECHNOLOGY) [JP/JP]; 〒100-0013 東京都 千代田区

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 独立 C04B 41/85, 41/88, 38/00

(21) 国際出願番号:

PCT/JP02/07950

(22) 国際出願日:

2002年8月5日 (05.08.2002)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ:

特願2001-238547 特願2001-248484 2001年8月7日(07.08.2001) JP 2001年8月20日(20.08.2001) JP (72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 谷 英治 (TANI,Eiji) [JP/JP]; 〒841-0052 佐賀県 鳥栖市 宿町 807番地1 独立行政法人産業技術総合研究所九 州センター内 Saga (JP).

霞ヶ関1丁目3番1号 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 林宏, 外(HAYASHI, Hiroshi et al.); 〒160-0023 東京都 新宿区 西新宿 1 丁目 9 番 1 2 号 第一大 正建物ビル 林宏特許事務所内 Tokyo (JP).

/続葉有/

(54) Title: SILICON CARBIDE BASED, POROUS STRUCTURAL MATERIAL BEING HEAT-RESISTANT AND SUPER-LIGHTWEIGHT

(54) 発明の名称: 炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材及びその製造方法

(57) Abstract: A silicon carbide based, porous structural material being heat-resistant and super-lightweight; and a method for preparing the material, which comprises impregnating a spongy skeleton of a porous structure with a slurry containing a resin and a silicon powder to such an extent that open-cells of the porous structure are not closed, carbonizing the impregnated skeleton under vacuum or in an inert atmosphere at 900 to 1320°C, subjecting the resultant carbonized porous structure to a reaction sintering under vacuum or in an inert atmosphere at 1320°C or higher, to thereby form silicon carbide having good wettability with molten silicon and also generate open pores resulting from a volume reducing reaction, and impregnating the resultant porous structure with molten silicon under vacuum or in an inert atmosphere at 1300 to 1800°C. The silicon carbide based material retains a form of a spongy porous stricture and can be prepared with ease by using the method.

(57) 要約:

本発明は、スポンジ状の多孔質構造体の形状を保った炭化ケイ素系耐熱性 超軽量多孔質材及びそれを容易に製造する方法を提供する。

本発明の上記製造方法では、先ず、スポンジ状の多孔質構造体の有形骨格 に、樹脂及びシリコン粉末を含んだスラリーを、多孔質構造体の連続気孔が 塞がれない範囲内で含浸後、真空あるいは不活性雰囲気下で900~132 0℃で炭素化する。得られた炭素化多孔質構造材を、真空、或いは不活性雰 囲気下において、1320℃以上の温度で反応焼結させ、溶融シリコンとの 濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、体積減少反応に起因する開 気孔を生成させ、真空或いは不活性化雰囲気下において、1300~180 0℃の温度で、この多孔質構造体にシリコンを溶融含浸することにより炭化 ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材を製造する。



(81) 指定国 (国内): KR, US.

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される 各*PCT*ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

### 明細書

#### 発明の名称

炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材及びその製造方法

5

10 ·

#### 技術分野

本発明は、シリコンと炭素との反応焼結後にシリコンを溶融含浸するという二段反応焼結法により、スポンジ状の連続多孔質の形状を保持した超軽量の炭化ケイ素系耐熱性多孔質構造材及びそれを製造する方法に関するものであり、更に具体的には、高温用フィルター、高温構造部材、断熱材、溶融金属濾過材、バーナープレート、ヒーター材、高温用消音材等の多くの用途に適する耐熱性超軽量多孔質構造材及びその製造方法に関するものである。

#### <u>背景技術</u>

炭化ケイ素系セラミックスは軽量で、耐熱性、耐磨耗性、耐食性などに優れていることから、近年、例えば、高温耐食部材、ヒーター材、耐磨耗部材や、さらには研削材、砥石などの用途に幅広く用いられている。この炭化ケイ素系セラミックスは、主に焼結技術により製造されているため、気孔率90%以上のフィルター形状の超軽量多孔質材としての実用化までには至っていない。

20

15

最近では、このような耐熱性軽量多孔質セラミックスの研究が行われはじめている。例えば、プリジストン社では、鋳鉄用セラミックフォームフィルターとして、スポンジに炭化ケイ素粉末スラリーを含浸後、余剰スラリーの除去を行い、乾燥、焼成して多孔質炭化ケイ素構造体を得ている。カタログでの物性値では、空孔率は85%、見掛比重約0.42となっている。

25

しかしながら、上記方法では炭化ケイ素の粉末のスラリーを用いるので、 余剰スラリー除去作業を行っても、余剰スラリーが残り、気孔となる部分を 塞いでいるところがある。また、気孔率も85%程度と低く、見掛比重も約 0.42と高い。気孔径も1~5mm程度(標準セル数13ヶ/25mm~ 6ヶ/mm)と大きい。

一方、本発明者は、繊維強化炭化ケイ素複合材の研究において、フェノール樹脂の炭素化による緻密なアモルファス炭素のみのマトリックスは、溶融シリコンとほとんど反応しないが、シリコン粉末とフェノール樹脂の混合物が反応焼結(体積減少反応)して生成した溶融シリコンとの濡れ性のよい炭化ケイ素と、ポーラスな残留アモルファス炭素のマトリックスには、溶融シリコンが容易に浸透し、反応することができることを見いだし(特許第3096716号)、これを超軽量多孔質構造材の製造に有効に利用できることに気が付いた。

### 10 発明の開示

5

15

20

25

30

本発明は、このような知見に基づいて、従来の炭化ケイ素系耐熱性軽量多 孔質材及びその製造方法における各種欠点を克服し、多孔質構造体の有形骨 格に成形したままの形状を保持させて、複雑な形状のものでも容易に製造可 能にした、気孔が均一で、開気孔率80%以上、密度0.3g/cm3以下 の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材及びその製造方法を提供するも のである。

すなわち、本発明者は、炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材について 鋭意研究を重ねた結果、スポンジ等の多孔質構造体の有形骨格にシリコン粉末と樹脂を含浸させ、シリコン粉末及び上記構造体からの炭素との体積減少 を伴った炭化ケイ素生成反応により、ポーラスな炭化ケイ素、残留炭素部分 を生成させ、このポーラスな骨格部分にシリコンの溶融含浸を行うことにより、炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材を、複雑な形状のものであって も、容易に多孔質構造体の有形骨格の形状を保ったままで製造し得ることを 見いだし、本発明を完成するに至った。

上記により完成した本発明の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材は、溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を含むと同時に、体積減少反応に起因する開気孔が生成された炭素化多孔質構造焼結体にシリコンを溶融含浸させてなり、上記炭素化多孔質構造焼結体が、有形骨格を形成するプラスチック或いは紙類のスポンジ状多孔質構造体に、炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを多孔質構造体の連続気孔が塞がれない範囲

内で含浸させて炭素化したところの炭素化多孔質構造体の反応焼結により 形成したものであることを特徴とするものである。

5

10

15

20

25

30

また、本発明の上記炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法は、基本的には、スポンジ状多孔質構造体の有形骨格に、炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを、多孔質構造体の連続気孔が塞がれない範囲内で含浸させた後、真空或いは不活性雰囲気下において900~1320℃炭素化し、その炭素化多孔質構造体を、真空或いは不活性雰囲気下において、1320℃以上の温度で反応焼結させることにより、溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、体積減少反応に起因する開気孔を生成させ、この多孔質構造体に、真空或いは不活性化雰囲気下において1300~1800℃の温度でシリコンを溶融含浸することを特徴とするものである。

上記方法においては、シリコンと炭素の反応焼結処理とシリコンの溶融含 浸を同じ熱処理で行っても良く、炭素化を含めた全ての熱処理を同じ熱処理 で行っても良い。

このような本発明の方法によれば、複雑形状の大型構造体でも容易に製造できるし、多孔質構造体の加工も、炭素化後に行えば、容易に行うことができる。

上記方法において、スラリーを多孔質構造体にその連続気孔が塞がれない 範囲内で含浸させるに際しては、多孔質構造体の有形骨格に樹脂類及びシリ コン粉末を含んだスラリーを含浸させた後に、そのスラリーを絞るのが有効 である。このスラリーを絞る手段としては、圧縮による絞りばかりでなく、 遠心力などを利用した絞り手段を用いることができる。

上記方法において用いるスポンジ状多孔質構造体の有形骨格を構成する 材料としては、スラリーを保持できる多孔質構造体が望ましく、この多孔質 構造体を構成する材料としては、樹脂あるいはゴム製等のスポンジ、あるい は、スポンジ形状のプラスチック類や紙等が適している。

また、上記方法において多孔質構造体の有形骨格に含浸させる炭素源としての樹脂類には、フェノール樹脂、フラン樹脂、あるいはポリカルボシラン等の有機金属ポリマー、または蔗糖が好ましいものとして挙げられる。これ

らの樹脂類はその1種用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよい。さらに、添加剤として、炭素粉末、黒鉛粉末、カーボンブラックを添加し、または、骨材或いは酸化防止剤として、炭化ケイ素、窒化ケイ素、ジルコニア、ジルコン、アルミナ、シリカ、ムライト、二ケイ化モリブデン、炭化ホウ素、ホウ素粉末等を添加してもよい。

上記方法において用いるスラリーに含ませるシリコン粉末としては、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリブデン、あるいはタングステンから選ばれた少なくとも1種のシリコン合金、またはそれらとシリコン粉末の混合物でもよい。また、溶融含浸用のシリコンは、純シリコン金属でもよいし、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリブデン、タングステン等のシリコン合金、あるいはそれらとシリコンの混合物でもよい。

このような本発明の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材及びその製造方法によれば、スポンジ状の多孔質構造体の有形骨格に、炭素源となる樹脂とシリコン粉末とを含むスラリーを、多孔質構造体の連続気孔が塞がれない範囲内で含浸させた後、反応焼結を利用して溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素と開気孔を生成せしめ、この部分にシリコンを溶融含浸するので、最初の多孔質構造体の形状をそのまま保った炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を容易に製造することができ、そのため、複雑な形状のものでも容易に製造することができる。

#### 発明を実施するための最良の形態

5

10

15

20

25

30

次に、本発明方法の好適な実施形態について説明する。

本発明の方法においては、まず溶解した炭素源としてのフェノール樹脂等とシリコン粉末を混合したスラリーを、スポンジ状多孔質構造体の有形骨格に十分に塗布し、あるいはそのスラリーに多孔質構造体を浸して含浸させた後、スラリー液が連続気孔部を塞がない程度にまで絞り、乾燥する。この乾燥は、約70℃で12時間程度行うのが望まれる。

上記多孔質構造体は、前述したように、樹脂あるいはゴム製等のスポンジ、 あるいは、スポンジ形状のプラスチック類や紙等を用いることができる。

また、多孔質構造体の有形骨格に含浸させる樹脂類としては、フェノール 樹脂、フラン樹脂、有機金属ポリマーまたは蔗糖から選ばれた少なくとも1 種を用いることができ、必要に応じて前記添加剤等を添加することができる。

さらに、炭化ケイ素の生成に用いる上記シリコン粉末としては、微粉末が 適しており、特に平均粒径が30μm以下の微粉末が好適である。粒径が大 きなものは、ボールミル等により粉砕して微粉化すればよい。

次に、このようにして得られた多孔質構造物を、真空あるいはアルゴンなどの不活性雰囲気下で、900~1320℃程度の温度において炭素化する。これによって得られる炭素化複合体においては、スポンジの多孔質構造体は熱分解して無くなり、骨格部分はフェノール樹脂の炭素化による炭素部分と、シリコン粉末が混ざりあっている状態になり、骨格部分の形状も、元の形状と同じである。また、炭素化した多孔質構造体は加工可能な強度がある。

この炭素化した多孔質構造体は、真空あるいはアルゴンなどの不活性雰囲気下で1320℃以上の温度において焼成処理し、炭素とシリコンとを反応させて溶融シリコンと濡れ性のよいポーラスな炭化ケイ素を構造体の有形骨格部分上に形成させる。同時に、この反応が体積減少反応であるため、その体積減少反応に起因する開気孔が生成される。その結果、マトリックス部が、気孔を有する炭化ケイ素及び残留炭素により形成された多孔質構造焼結体を得る。

次に、この多孔質構造焼結体は、真空或いは不活性化雰囲気下において1300~1800℃程度の温度に加熱し、骨格上にあるポーラスな炭化ケイ素と炭素部分にシリコンを溶融含浸することにより、炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質材が得られる。

なお、本発明の方法において用いるシリコン粉末と樹脂からの炭素との混合の割合は、シリコンと炭素との原子比がSi/C=0.05~4になるように選ぶのが望ましい。

#### 30 実施例

5

10

15

20

次に、実施例により本発明の方法をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

#### 「実施例1]

5

10

15

20

25

30

フェノール樹脂の炭素化による炭素とシリコンとの原子比が5:3になる割合にフェノール樹脂とシリコン粉末との混合量を設定し、エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さくするために1日間ボールミル混合し、それらを500~600μmの気孔を有するポリウレタン製のスポンジに含浸し、スラリー液が連続気孔部を塞がない程度に圧縮により絞った後、乾燥させた。この時、スポンジは軸方向で約20%膨張した。

次に、このスポンジをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成して炭素化した。得られた炭素質多孔体を、真空中、1450℃、1時間で反応焼結とシリコン溶融含浸を同時に行い、スポンジ形状の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質複合材を得た。スポンジは炭素化の際に収縮し、炭素化前に比べて軸方向で約12%の収縮を生じて僅かに小さくなった。

得られた炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材は、スポンジと同じ構造で、気孔径  $500\sim600\mu$  m、開気孔率 97%、密度 0.07 g / c m 3 であり、つぶれた気孔は見つからなかった。

#### [実施例2]

フェノール樹脂の炭素化による炭素とシリコンとの原子比が5:3になる 割合にフェノール樹脂とシリコン粉末との混合量を設定し、エチルアルコー ルでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さく するために1日間ボールミル混合し、それらを約1mmの気孔を有するポリ ウレタン製のスポンジに含浸し、スラリー液が連続気孔部を覆わない程度に 圧縮して絞った後、乾燥させた。この時、スポンジは軸方向で約20%膨張 した。

次に、このスポンジをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成して炭素化した。得られた炭素質多孔体を、真空中、1450℃、1時間で反応焼結とシリコン溶融含浸を同時に行い、スポンジ形状の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質複合材を得た。スポンジは炭素化の際に収縮し、炭素化前に比べ

て軸方向で約12%の収縮を生じて僅かに小さくなった。

得られた炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材は、スポンジと同じ構造で、気孔径約1mm、開気孔率97%、密度0.06g/cm3であった。 「実施例3]

フェノール樹脂の炭素化による炭素とシリコンとの原子比が5:3になる 割合にフェノール樹脂とシリコン粉末との混合量を設定し、エチルアルコー ルでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、シリコンの粒径を小さく するために1日間ボールミル混合し、それらを約1.5~2mmの気孔を有 するポリウレタン製のスポンジに含浸し、スラリー液が連続気孔部を覆わな い程度に圧縮して絞った後、乾燥させた。この場合、スポンジの膨張は、ほ とんど無かった。

次に、このスポンジをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成して炭素化した。得られた炭素質多孔体を、真空中、1450℃、1時間で反応焼結とシリコン溶融含浸を同時に行い、スポンジ形状の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質複合材を得た。スポンジは炭素化の際に収縮し、最終的には軸方向で約12%の収縮を生じて僅かに小さくなった。

得られた炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材は、スポンジと同じ構造で、気孔径1.5~2mmで、開気孔率95%、密度0.1g/cm3であった。

#### 20 [比較例1]

5

10

15

25

30

実施例1で用いたスポンジをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成すると、跡形もなく無くなった。

#### [比較例2]

エチルアルコールでフェノール樹脂を溶解してスラリーを調製し、500  $\sim$  600  $\mu$  mの気孔と有するポリウレタン製のスポンジに含浸し、スラリー液が連続気孔部を覆わない程度に絞った後、乾燥させた。

次に、このスポンジをアルゴン雰囲気下で1000℃、1時間焼成して炭素化した。得られた炭素質多孔体を真空中、1450℃、1時間で反応焼結とシリコン溶融含浸を同時に行ったが、シリコンの含浸は生じず、炭素質多孔体のままであった。

# 産業上の利用の可能性

以上に詳述した本発明の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材によれば、最初の多孔質構造体の形状を保った炭化ケイ素系耐熱性軽量多孔質複合材を製造できるため、複雑な形状のものでも容易に製造することができ、そのため、高温用フィルター、高温構造部材、断熱材、溶融金属濾過材、バーナープレート、ヒーター材、高温用消音材等の多くの用途に利用することができる。

10

# 請求の範囲

1. 溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を含むと同時に、体積減少 反応に起因する開気孔が生成された炭素化多孔質構造焼結体にシリコンを 溶融含浸させてなり、

上記炭素化多孔質構造焼結体が、有形骨格を形成するプラスチック或いは 紙類のスポンジ状多孔質構造体に、炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末 を含んだスラリーを多孔質構造体の連続気孔が塞がれない範囲内で含浸さ せて炭素化したところの炭素化多孔質構造体の反応焼結により形成したも のである、

ことを特徴とする炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材。

5

10

15

20

25

- 2. 有形骨格に含浸させた炭素源としての樹脂類が、フェノール樹脂、フラン樹脂、有機金属ポリマー、または蔗糖から選ばれた少なくとも1種であることを特徴とする請求の範囲1に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材。
- 3. 有形骨格に含浸させたスラリーが、添加剤として、炭素粉末、黒鉛粉末、またはカーボンブラックを加えたものである請求の範囲1に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材。
- 4. 有形骨格に含浸させたスラリーが、骨材或いは酸化防止剤として、 炭化ケイ素、窒化ケイ素、ジルコニア、ジルコン、アルミナ、シリカ、ムラ イト、二ケイ化モリブデン、炭化ホウ素及びホウ素粉末から選ばれた少なく とも1種を添加したものである請求の範囲1に記載の炭化ケイ素系耐熱性 超軽量多孔質構造材。
- 5. スラリーに含ませるシリコン粉末として、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリブデン、あるいはタングステンから選ばれた少なくとも1種のシリコン合金、またはそれらとシリコン粉末の混合物を用いた請求の範囲1に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材。
- 6. 溶融含浸用のシリコンとして、マグネシウム、アルミニウム、チタ

ニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリブデン、あるいはタングステンから選ばれた少なくとも1種のシリコン合金、またはそれらとシリコンの混合物を用いた請求の範囲1に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材。

5

10

15

20

25

30

7. プラスチック或いは紙類のスポンジ状多孔質構造体の有形骨格に、 炭素源としての樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを、多孔質構造体 の連続気孔が塞がれない範囲内で含浸させた後、真空或いは不活性雰囲気下 において900~1320℃で炭素化し、その炭素化多孔質構造体を、真空 或いは不活性雰囲気下において、1320℃以上の温度で反応焼結させるこ とにより、溶融シリコンと濡れ性のよい炭化ケイ素を生成させると同時に、 体積減少反応に起因する開気孔を生成させ、この多孔質構造体に、真空或い は不活性化雰囲気下において1300~1800℃の温度でシリコンを溶 融含浸することを特徴とする炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製 造方法。

- 8. 多孔質構造体の有形骨格に樹脂類及びシリコン粉末を含んだスラリーを含浸させた後にそのスラリーを絞ることにより、上記スラリーを多孔質構造体にその連続気孔が塞がれない範囲内で含浸させることを特徴とする 請求の範囲7に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法。
- 9. 多孔質構造体の有形骨格に含浸させる樹脂類として、フェノール樹脂、フラン樹脂、有機金属ポリマー、または蔗糖から選ばれた少なくとも1種を用いることを特徴とする請求の範囲7または8に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法。
- 10. 多孔質構造体の有形骨格に含浸させるスラリーに、添加剤として、 炭素粉末、黒鉛粉末またはカーボンプラックを加えることを特徴とする請求 の範囲7または8に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造 方法。
- 11. 多孔質構造体の有形骨格に含浸させるスラリーに、骨材或いは酸化 防止剤として、炭化ケイ素、窒化ケイ素、ジルコニア、ジルコン、アルミナ、 シリカ、ムライト、二ケイ化モリブデン、炭化ホウ素及びホウ素粉末から選 ばれた少なくとも1種を添加することを特徴とする請求の範囲7または8

に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法。

12. スラリーに含ませるシリコン粉末として、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリブデン、あるいはタングステンから選ばれた少なくとも1種のシリコン合金、またはそれらとシリコン粉末の混合物を用いることを特徴とする請求の範囲7または8に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法。

13. 溶融含浸用のシリコンとして、マグネシウム、アルミニウム、チタニウム、クロミウム、マンガン、鉄、コバルト、ニッケル、銅、亜鉛、ジルコニウム、ニオビウム、モリプデン、あるいはタングステンから選ばれた少なくとも1種のシリコン合金、またはそれらとシリコンの混合物を用いることを特徴とする請求の範囲7または8に記載の炭化ケイ素系耐熱性超軽量多孔質構造材の製造方法。

15

10

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/07950

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl <sup>7</sup> C04B41/85, 41/88, 38/00						
		the transfer of TOO	-			
According t	According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
	S SEARCHED	by classification symbols)				
	Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl <sup>7</sup> C04B41/80-41/91, 38/00-38/10					
	tion searched other than minimum documentation to the Luyo Shinan Koho 1926–1996		in the fields searched 0 1994-2002			
Koka:	i Jitsuyo Shinan Koho 1971–2002	Jitsuyo Shinan Toroku Koh	o 1996–2002			
Electronic d	lata base consulted during the international search (nam	e of data base and, where practicable, sea	rch terms used)			
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT					
Category*	Citation of document, with indication, where ap	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.			
Y	FR 2705340 Al (Pechiney Rech 25 November, 1994 (25.11.94)	erche),	1-13			
	25 November, 1994 (25.11.94)	•				
	& JP 06-321653 A Claims	•				
		5429780 A				
ļ	& KR 9711323 B					
Y	WO 99-004900 Al (Pechiney Re		1-13			
	04 February, 1999 (04.02.99), Claims	,				
	& JP 2001-510729 A					
]	Claims   & FR 2766389 A1	1007207 A1				
	& US 6251819 B1					
× Furth	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.				
	categories of cited documents: ent defining the general state of the art which is not	"I" later document published after the inte priority date and not in conflict with the				
conside	ared to be of particular relevance document but published on or after the international filing	understand the principle or theory und document of particular relevance; the	claimed invention cannot be			
date	ent which may throw doubts on priority claim(s) or which is	considered novel or cannot be conside step when the document is taken alone	red to involve an inventive			
cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		"Y" document of particular relevance; the considered to involve an inventive step	p when the document is			
document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		combined with one or more other such combination being obvious to a person	n skilled in the art			
"P" document published prior to the international filing date but later "&" document member of the same patent family than the priority date claimed						
Date of the a	ch report ()1.10.02)					
Name and m	nailing address of the ISA/	Authorized officer				
Japanese Patent Office						
Faccimile NO		Telephone No.				

### INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/07950

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No	
Y	JP 2000-313676 A (Director General, Agency of Industrial Science and Technology), 14 November, 2000 (14.11.00), Claims (Family: none)	1-13	
E,X	JP 2001-226174 A (Director General of National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 21 August, 2001 (21.08.01), Claims (Family: none)	1-13	
r			

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1998)

	する分野の分類(国際特許分類(IPC)) 1. ' CO4B41/85, 41/88, 38/00				
B. 調査を行った分野					
	ト限資料(国際特許分類(IPC))				
Int. C	1. 7 C04B41/80~41/91, 38/00~38/10				
最小限資料以外の	D資料で調査を行った分野に含まれるもの		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
日本国実用新	案公報 1926-1996年 用新案公報 1971-2002年				
日本国公開実	用新案公報 1971-2002年 用新案公報 1994-2002年				
日本国実用新	<b>案登録公報</b> 1996-2002年				
国際調査で使用し	<b>」た電子データベース(データベースの名称、</b>	調査に使用した用語)			
て 関連する1	と認められる文献	- Marie			
引用文献の	こかのりなる文本		関連する		
カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連すると	さは、その関連する箇所の表示	請求の範囲の番号		
Y I	FR 2705340 A1 (PECHINE	Y RECHERCHE) 1994.11.25,	1-13.		
	ウレーム&JP 06-32165;				
	624560 A1 & US 54	429780 A & KR			
	9711323 B				
	WO 99-004900 A1 (PEC	•	1-13		
	, クレーム& JP 2001-5				
	& FR 2766389 A1 8 1 & US 6251819 B1				
1 -	1 & US 6251819 BI JP 2000-313676 A (I		1-13		
_	1. 14クレーム (ファミリーなし)		1 1 3		
区 C欄の続きに	こも文献が列挙されている。	□ パテントファミリーに関する別	紙を参照。		
* 引用文献のス		の日の後に公表された文献			
「A」特に関連の もの	Dある文献ではなく、一般的技術水準を示す	「T」国際出願日又は優先日後に公表さ 出願と矛盾するものではなく、			
	目前の出願または特許であるが、国際出願日	の理解のために引用するもの	57702000年入142年画		
以後に公ま	<b>長されたもの</b>	「X」特に関連のある文献であって、			
	長に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 は他の特別な理由を確立するために引用する	の新規性又は進歩性がないと考え 「Y」 特に関連のある文献であって、			
文献(理由		上の文献との、当業者にとって			
	「O」ロ頭による開示、使用、展示等に目及する文献よって進歩性がないと考えられるもの				
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 「&」同一パテントファミリー文献					
国際調査を完了した日		国際調査報告の発送日 01.	10.02		
国際調査機関の名称及びあて先		特許庁審査官(権限のある職員)	4T 8924		
日本国特許庁(ISA/JP)		米田 健志			
郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		電話番号 03-3581-1101	内線 3465		

C (続き).	関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
EX	JP 2001-226174 A (経済産業省産業技術総合研究所	1-13	
	長) 2001.08.21クレーム (ファミリーなし)		
	•		
	•		
	•		
	•		